近红外反射光谱技术评定棉籽粕营养价值和蛋公鸡代谢能

李玉鹏[1, 2]　年　芳[3*]　李爱科[2]　王薇薇[2]　陆　辉[2]　王　丽[2]

（1.甘肃农业大学动物科学与技术学院，兰州　730070；2.国家粮食局科学研究院，北京　100037；3.甘肃农业大学理学院，兰州　730070）

摘　要：本试验旨在探讨利用近红外反射光谱技术测定棉籽粕常规营养成分含量和蛋公鸡代谢能的可行性。从全国范围内收集 76 个不同产地、不同年份、不同加工方式的棉籽粕样品，测定其常规营养成分含量，并通过蛋公鸡强饲试验测定其表观代谢能和真代谢能。随机选取定标集（n=56）和外部验证集（n=20）样品，建立近红外定标模型。结果表明：1）不同来源棉籽粕的营养成分和蛋公鸡代谢能变异较大，变异系数为 2.52%~84.75%，其中水分、粗脂肪、粗纤维、表观代谢能和真代谢能的变异系数超过 10%；粗蛋白质、粗灰分和总能的变异系数分别为 9.58%、9.81%和 2.52%。2）水分、粗蛋白质、粗脂肪、粗纤维、粗灰分和总能的定标决定系数为 0.923 5~0.975 8，交互验证决定系数为 0.824 7~0.930 3，外部验证决定系数为 0.879~0.896；表观代谢能和真代谢能的定标决定系数为 0.969 0 和 0.926 8，交互验证决定系数为 0.917 0 和 0.905 7，外部验证决定系数为 0.911 和 0.892。因此，常规营养成分和代谢能的定标方程均可用于日常分析。

关键词：近红外反射光谱；棉籽粕；常规营养成分；代谢能

中图分类号：S816　　文献标识码：A　　文章编号：1006-267X(2016)00-0000-00

我国是世界上最大的棉籽生产国，有巨大的植物蛋白质资源[1]，近年棉籽年产量均在 4 000 万 t 以上。棉籽粕是棉籽经脱绒、脱壳和仁壳分离后，经预压浸提或直接溶剂浸提取油后获得的副产品，或由棉籽饼浸提取油获得的副产品。棉籽粕中含有大量的蛋白质，是世界上仅次于大豆的重要植物蛋白质来源[2]。目前，实际生产中配制家畜饲料配方时，棉籽粕的常规营养成分需要主要是以 NRC（2012）[3]及《中国饲料成分及营养价值表（2014 年第 25 版）》所推荐的数值为基准，这些标准均提供的是棉籽粕常规营养成分的平均值。然而，受产地、品种、加工工艺、储存方式和种植年份等因素的影响，不同来源棉籽粕的营养成分存在较大的变异。为了在动物饲粮实际配制过程中更加有效地利用棉籽粕资源，在设计配方前有必要对每一批不同来源棉籽粕的营养成分含量进行检测，并以实测值配制饲粮，从而提高原料利用效率，以达到精准配制饲粮的目的[4-8]。

利用近红外反射光谱技术可以根据被测样品的近红外光谱特征求得样品特定成分含量、

收稿日期：2016－01－12

基金项目：国家科技支撑计划课题（2014BAD08B00）；“十二五”农村领域国家科技计划课题（2014BAD08B11）

作者简介：李玉鹏（1989－），女，河南鹤壁人，硕士研究生，从事单胃动物营养研究。E-mail：　773062644@qq.com

*通信作者：年　芳，副教授，研究生导师，E-mail：　nianf@gsau.edu.cn

伪劣辨识、产地溯源等，该技术有测量过程快速高效、低成本、无污染和多组分同时检测等优点，已被广泛应用于动物饲料原料及饲粮营养成分的快速预测[9]。

本试验以棉籽粕为研究对象，在全国范围内广泛收集样品，测定常规营养成分含量，并通过蛋公鸡强饲试验测定表观代谢能和真代谢能，评价其营养价值及变异；同时，利用 FOSS 近红外光谱仪采集棉籽粕样品近红外光谱数据，构建棉籽粕近红外光谱量化数据与常规营养成分指标和代谢能的关联模型，以服务于饲料行业的品质监管和实时监测。

1 材料和方法

1.1 棉籽粕样品的收集和制备

收集我国新疆、山东、北京、陕西和湖北等不同种植地区的 76 个色泽和气味正常的棉籽粕样品为试验材料，样品来源见表 1。每个样品使用低温粉碎机粉碎过 40 目筛（0.42 mm），四分法进行缩分，将缩分后大约 500 g 样品分为 4 份，分别用于实验室化学分析、近红外光谱扫描、蛋公鸡强饲和留样。样品用自封袋密封，储存于－18 ℃冰柜中。样品常规营养成分分析及近红外扫描前，自冰柜取出，置于室温平衡约 1 h。

表 1 不同来源棉籽粕样品

Table 1 Different sources of cottonseed meal samples

项目 Items	不同因素 Different factors	样品数量 Number of samples
产地 Area	新疆	24
	山东	12
	河北	7
	北京	3
	四川	6
	湖北	10
	陕西	4
	江苏	5
	安徽	5
年份 Year	2010	4
	2011	10
	2012	5
	2014	15
	2015	42
加工方式 Processing method	低温浸提	23
	高温浸提	4
	预榨浸提	43
	膨化浸提	3
	高温压榨	3

1.2 试验材料和方法

1.2.1 常规营养成分测定仪器和方法

水分含量用智能温度控制仪（精宏 XMTD－8222）按照 GB/T 6435—2006 方法测定；

粗蛋白质含量用全自动凯氏定氮仪（FOSS－8400）按照 GB/T 6432—1994 方法测定；粗脂肪含量用全自动索氏抽提系统（FOSS Soxtec™－2050）按照 GB/T 10359—2008 测定；粗纤维含量用全自动纤维分析系统（FOSS－2010）按照 GB/T 6433—2006 测定；粗灰分含量智能箱式电阻炉（天津中环 SX2－5－12）按照 GB/T 6438—1992 测定；总能用全自动氧弹量热仪（Parr6300，美国）测定。

所有营养成分含量均以风干基础表示。每个样品平均分析 2 次，取平均值作为近红外光谱分析的参比值，严格按照国标的化学法进行测定。

1.2.2　试验鸡处理和饲养管理

采用单因素笼养随机区组试验设计，选择健康、体重为（2.5±0.3） kg 的 28 周龄海兰褐蛋公鸡 72 只，分成 12 组，每组 6 个重复，每组蛋公鸡测定 1 种棉籽粕的表观代谢能和真代谢能，试验分 7 期完成，每期留 1 组设为内源组。每 2 期之间留 15 d 恢复期，恢复期内自由采食和饮水，供给充足商品蛋鸡料。试验前剪尽蛋公鸡肛门周围羽毛，缝合带洞瓶盖，适应 2 周，正试前 3 d 准备相应的集粪袋收集排泄物。

1.2.3　试验方法和操作

采用排空强饲法，排空期 12 h，其间断料不断水，排空期后进行强饲，每只蛋公鸡强饲 30 g 风干棉籽粕，强饲后马上装上集粪袋收集排泄物 36 h。内源组为对照组，除不强饲外，其他操作均相同。

1.2.4　排泄物处理

排泄物收集后倒入相应培养皿中，并添加 10%盐酸 10 mL，置于 105 ℃烘箱中 15 min 灭酶和微生物，调至 65 ℃连续烘 72 h 后在实验室回潮 24 h 后称重，粉碎过 40 目（0.42 mm）分析筛，密封保存备用。

1.2.5　代谢能测定方法

测定风干饲料样中的干物质、总能和排泄物中的总能。干物质按照 GB/T 6435—2006 方法测定；总能用全自动氧弹量热仪（Parr6300，美国）测定。

1.2.6　表观代谢能和真代谢能的计算方法

表观代谢能＝（食入总能－排泄物总能）/食入总干物质；

真代谢能＝表观代谢能+内源排泄能。

1.2.7　近红外仪仪器参数及光谱采集

使用 FOSS XDS 型近红外光谱分析仪进行棉籽粕的光谱采集，扫描范围 400~2 650 nm，分辨率 8 cm^{-1}，扫描次数 64 次，波长间隔 2 nm，每个样品重复装样及扫描 2 次，取平均值，并转化为 log1/R 形式记录光谱数据。仪器配备移动式样品池及标准盖片。

1.2.8　模型的建立

使用仪器自带计量学软件 WinISI4 进行光谱数据分析。样品按照 3∶1 的比例，随机分成定标集（n=56）和验证集（n=20），分别用于定标模型的建立和外部验证。

使用改进偏最小二乘法建立定标模型。定标前，使用 6 种去散射方法(无散射、标准正态变量校正结合去除趋势校正、标准正态变量校正、去趋势校正、标准多元去散射校正和加权多元去散射校正）和 3 种导数处理（0,0,1,1；1,4,4,1；2,4,4,1）相结合，共 18 种方法对原始光谱进行预处理，提高信噪比，进而优化模型的预测性能。其中，3 种导数处理的 4 个数值依次代表导数处理的阶数、导数的数据间隔、一次平滑点数及二次平滑点数。

1.2.9 模型的验证

使用全局距离（global hood,GH）和 *T* 检验进行 2 轮异常值的剔除，其中 $GH \geq 10$ 作为剔除光谱异常值的标准，$T > 2.5$ 作为剔除化学异常值的标准。

模型的内部验证采用交互验证法。衡量定标效果的参数包括定标决定系数（coefficient of determination for calibration,*RSQcal*）、定标标准差（standard error of calibration,SEC）、交互验证决定系数（coefficient of determination for cross-validation,*1-VR*）和交互验证标准差（standard error of cross-validation,SECV），其中以 *RSQcal* 最高和 SECV 最低的模型确定为最佳定标模型[10]。

定标模型建立后，采用独立的验证集对模型进行外部验证。衡量模型预测效果的统计参数为验证决定系数（coefficient of determination for validation,*RSQv*）和预测标准偏差（standard error of prediction,SEP）。依据 AACC[11]规定，本试验选择 $RSQv \geq 0.84$[10]时认为模型适用于日常分析。

2 结 果

2.1 棉籽粕常规营养成分含量及其变异

由表 1、表 2 和表 5 可知，本试验中所采集的棉籽粕样品来源于不同年份、种植地区和加工工艺，常规营养成分和代谢能的含量分布范围较宽，变异较大，具有较强的近红外取样代表性。棉籽粕样品基本分为黄色、褐色、红色和黑色。山东的棉籽粕偏黄色，尤其是德州的脱酚棉籽粕；新疆产棉籽粕大部分都是棕红色，部分产地的棉籽粕棉绒较少，蛋白质含量较高；其他棉籽粕样品多为褐色，个别样品为红色，可能是加工过程中加热过度，棉酚变性所致；本研究未有采集到黑色棉籽粕样品。饲料生产企业主要通过蛋白质含量来评定棉籽粕品质。本试验中蛋白质含量最低、粗纤维含量最高的棉籽粕样品来自河北，且此样品棉绒、棉壳成分较多；蛋白质含量最高的样品来自新疆，棉绒、棉壳成分较少。

由表 2 和表 5 可知，棉籽粕常规营养成分平均含量与《中国饲料成分及营养价值表（2014 年第 25 版）》数据相比，粗脂肪、粗纤维和真代谢能的变异较大，粗蛋白质、粗灰分和表观代谢能的平均含量均在《中国饲料成分及营养价值表（2014 年第 25 版）》中棉籽粕相关数据的范围内。所测棉籽粕常规营养成分和代谢能间变异系数为 2.52%~84.75%。变异系数由小到大依次为总能、粗蛋白质、粗灰分、水分、真代谢能、表观代谢能、粗纤维和粗脂肪，其中水分、粗脂肪、粗纤维、表观代谢能和真代谢能的变异系数均大于 10%。

由表 2、表 3、表 4 和表 5 比较可知，棉籽粕全集、定标集及验证集各指标的含量范围、

平均值及变异系数相近，且外部验证的各常规营养成分含量均在定标集范围内，说明 3 个样品集具有相似的样品分布，有利于定标模型的建立和外部验证分析。

表 2　棉籽粕全集营养成分含量及变异范围（风干基础）

Table 2　Nutrient contents and variation ranges of all cottonseed meal (air-dry basis, *n*=76)　　　%

项目 Items	平均值 Mean	标准差 Standard deviation	变异系数 Coefficient of variation	变幅 Amplitude of variation	棉籽粕 Cottonseed meal
水分 Moisture	9.23	1.35	14.58	5.38~12.06	10
粗蛋白质 CP	45.81	4.39	9.58	34.23~54.67	43.5~47
粗脂肪 EE	1.10	0.93	84.75	0.25~6.21	0.5
粗纤维 CF	7.54	2.20	29.17	2.84~13.45	10.2~10.5
粗灰分 Ash	6.54	0.64	9.81	5.31~9.24	6.0~6.6
总能 GE/(MJ/kg)	17.67	0.44	2.52	16.94~19.29	

棉籽粕数据来源于《中国饲料成分及营养价值表（2014 年第 25 版）》。下表同。

Cottonseed meal data were from Tables of Feed Composition and Nutritive Value in China,25th ed,2014. The same as below.

表 3　棉籽粕定标集营养成分含量及变异范围（风干基础）

Table 3　Nutrient contents and variation ranges of calibration set of cottonseed meal (air-dry basis, *n*=56)　　　%

项目 Items	平均值 Mean	标准差 Standard deviation	变异系数 Coefficient of variation	变幅 Amplitude of variation	棉籽粕 Cottonseed meal
水分 Moisture	9.30	1.36	14.62	5.38~12.06	10
粗蛋白质 CP	45.33	4.42	9.76	34.23~54.67	43.5~47
粗脂肪 EE	1.01	0.93	92.03	0.25~6.21	0.5
粗纤维 CF	7.80	2.17	27.84	2.84~13.45	10.2~10.5
粗灰分 Ash	6.54	0.69	10.53	5.31~9.24	6.0~6.6
总能 GE/(MJ/kg)	17.68	0.47	2.66	16.94~19.29	

表 4　棉籽粕验证集营养成分含量及变异范围（风干基础）

Table 4　Nutrient contents and variation ranges of validation set of cottonseed meal (air-dry basis, *n*=20)　　　%

项目 Items	平均值 Mean	标准差 Standard deviation	变异系数 Coefficient of variation	变幅 Amplitude of variation	棉籽粕 Cottonseed meal
水分 Moisture	9.05	1.32	14.64	5.73~11.13	10
粗蛋白质 CP	47.14	4.11	8.72	38.84~53.05	43.5~47
粗脂肪 EE	1.10	0.86	77.62	0.26~3.74	0.5
粗纤维 CF	6.82	2.17	31.81	3.02~11.84	10.2~10.5
粗灰分 Ash	6.55	0.52	7.67	5.74~7.61	6.0~6.6
总能 GE/(MJ/kg)	17.61	0.35	2.01	17.01~18.60	

表 5　棉籽粕代谢能及变异范围（干物质基础）

Table 5　Metabolizable energy and variation ranges of cottonseed meal (DM basis)　　MJ/kg

统计参数 Statistical parameter	表观代谢能 AME			真代谢能 TME			棉籽粕 Cottonseed meal
	全集 All (*n*=76)	定标集 Calibration set （*n*=56）	验证集 Validation set (*n*=20)	全集 All (*n*=76)	定标集 Calibration set （*n*=56）	验证集 Validation set (*n*=20)	
变幅 Amplitude of variation	4.63~11.90	4.63~11.90	5.86~10.17	5.39~13.20	5.39~13.20	6.27~11.48	1.86~8.49
标准差 Standard deviation	1.35	1.36	1.23	1.50	1.51	1.37	
平均值 Mean	8.28	8.15	8.66	9.25	9.10	9.70	
变异系数 Coefficient of variation/%	16.27	16.71	14.17	16.21	16.62	14.09	

2.2 最优定标模型的建立和验证

全集棉籽粕样品的原始近红外光谱如图1所示，横坐标为波长，纵坐标为吸光度。样品原始光谱在近红外区出现了明显的吸收峰，但其吸收峰较宽，基线漂移（垂直偏移）较为严重。如图2所示，通过二阶导数处理后，样品吸收峰得到增强，光谱差异更加明显，基线漂移现象也得到了校正。76个棉籽粕样品的有机物中含有C—H、O—H、N—H和S—H等含氢基团的成分，这些成分含量的不同影响其吸收峰的大小，各个样品之间的光谱不完全重合，根据光谱间的差异可判断样品的化学成分和成分含量[12]。

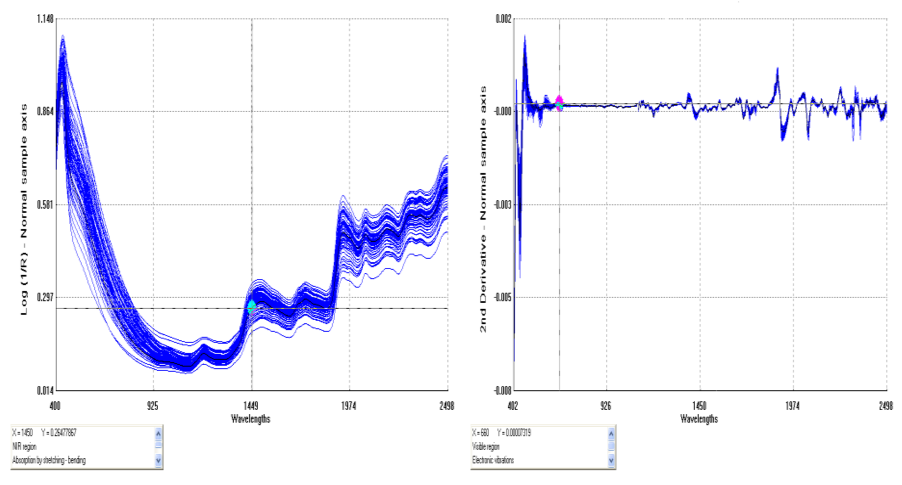


图 1　棉籽粕样品原始图谱和二阶导数处理 2,4,4,1

Fig.1　The original picture of cottonseed meal samples and second derivative processing 2,4,4,1　（*n*=76）

试验采用改进最小二乘法搭配不同光谱预处理方法建立定标模型，最优模型的定标、交互验证和外部验证结果分别如表 6、表 7 和表 8 所示。对于各常规营养成分而言，水分、粗蛋白质、粗脂肪、粗纤维、粗灰分和总能的 *RSQcal* 为 0.923 5~0.975 8，*1-VR* 为 0.824 7~0.930 3，取得了良好的定标效果。水分、粗蛋白质、粗脂肪、粗纤维、粗灰分和总能的 *RSQv* 为 0.879~0.896。表观代谢能和真代谢能的 *RSQcal* 为 0.969 0 和 0.926 8，*1-VR* 为 0.917 0 和 0.905

7，*RSQv* 为 0.911 和 0.892。

本试验选用400~2 650 nm波长段建模，最优定标模型中，水分、粗蛋白质、粗脂肪、粗纤维、粗灰分、总能、表观代谢能和真代谢能的波长均在408~2 492.8 nm。

表6　不同来源棉籽粕常规营养成分的最优定标模型（风干基础）

Table 6　Optimal calibration models for common nutrients of cottonseed meal from different sources (air-dry basis)　　　%

项目 Items	光谱预处理 Spectral data preprocessing	参数 Parameters	定标集样品数 Calibration sample number	定标标准差 SEC	主因子数 Main factor number	定标决定系数 *RSQcal*	交互验证标准差 SECV	交互验证决定系数 *1-VR*	相对偏差 Relative deviation
水分 Moisture	去趋势校正	2,4,4,1	55	0.335 8	3	0.942 6	0.437 3	0.906 8	－0.262 4
粗蛋白质 CP	无散射	2,4,4,1	55	1.081 2	3	0.944 8	1.219 0	0.930 3	－0.141 0
粗脂肪 EE	标准多元去散射校正	2,4,4,1	55	0.194 8	5	0.934 0	0.272 7	0.824 7	0.028 0
粗纤维 CF	标准正态变量校正	2,4,4,1	55	0.563 3	3	0.923 5	0.637 7	0.901 6	－0.382 6
粗灰分 Ash	标准多元去散射校正	2,4,4,1	54	0.110 1	7	0.975 8	0.198 8	0.922 5	－0.012 0
总能 GE	无散射	2,4,4,1	56	0.120 0	6	0.937 0	0.224 4	0.865 5	－0.103 6

表 7　常规营养成分最优定标模型的外部验证（风干基础）

Table 7　Optimal calibration models of common nutrients for external validation (air-dry basis)　　　%

项目 Items	验证集样品数 Validation sample number	验证标准差 SEP	验证决定系数 *RSQv*	相对偏差 Relative deviation	定标标准差 SEC
水分 Moisture	20	0.423	0.886	－0.065	0.439
粗蛋白质 CP	20	1.246	0.893	－0.213	1.290
粗脂肪 EE	20	0.269	0.892	－0.057	0.270
粗纤维 CF	20	0.686	0.879	0.036	0.701
粗灰分 Ash	19	0.146	0.896	0.009	0.103
总能 GE/(MJ/kg)	20	0.143	0.881	－0.001	0.125

表 8　代谢能最优定标模型的内部交叉验证和外部验证（干物质基础）

Table 8　Optimal calibration models of metabolizable energy for internal cross validation and external validation (DM basis)　　　MJ/kg

项目 Items	光谱预处理 Spectral data preprocessing	定标集 Calibration set					验证集 Validation set			
		样品数 Sample number	定标标准差 SEC	定标决定系数 *RSQcal*	交互验证决定系数 *1-VR*	相对偏差 Relative deviation	样品数 Sample number	定标标准差 SEC	验证决定系数 *RSQv*	相对偏差 Relative deviation
表观代谢	加权多元去	56	0.233 4	0.969 0	0.917 0	－0.233 2	19	0.386	0.911	－0.028

能 AME	散射校正									
真代谢能 TME	标准正态变量校正	56	0.406 1	0.926 8	0.905 7	－0.274 4	20	0.461	0.892	－0.054

图 2 为验证集棉籽粕常规营养成分及代谢能实测值与近红外光谱预测值之间的相关图，图中纵坐标为化学实验室分析值，横坐标为近红外光谱预测值，如图，应用所建近红外光谱模型对验证集棉籽粕样品进行水分、粗蛋白质、粗脂肪、粗纤维、灰分、总能及代谢能的预测显示，所有预测结果均在回归线附近，在报警限以内。

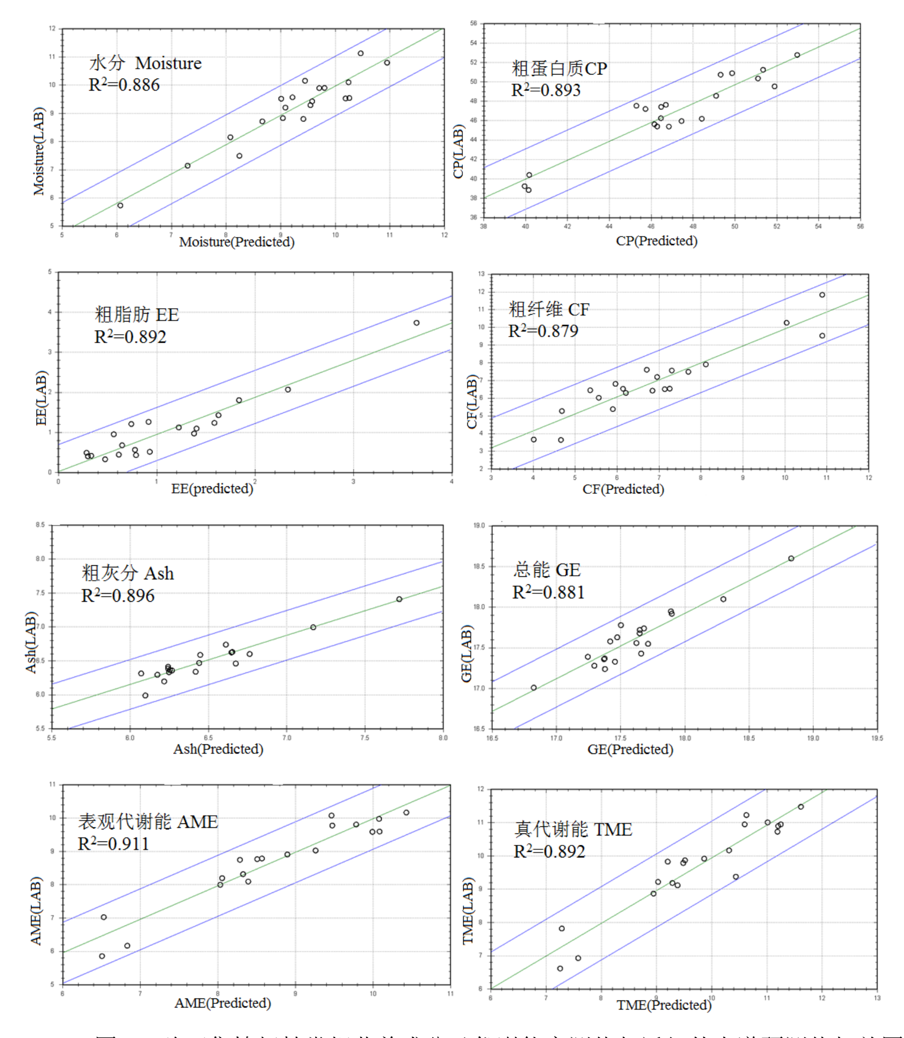


图 2　验证集棉籽粕常规营养成分及代谢能实测值与近红外光谱预测值相关图

Fig.2　The correlation picture between analyzed value of common nutrients & metabolizable energy in cottonseed meal and predicted value by near infrared spectrum

3　讨　论

棉籽粕由于品种、产地、年份和加工工艺不同，其营养成分变异较大[4]。不同的种植环境，包括降雨量、温度、日照时长和土壤条件等的差异，都影响棉籽的饱满度，从而影响棉籽粕的质量。有研究表明，棉籽因品种和生长环境的不同会造成其品质差异较大，生长期的长短影响棉籽的成熟度，棉籽的成熟度好则棉籽粕蛋白质含量高[13]。

本研究中不同年份的棉籽粕均长期保存在 4 ℃下，未有发热和霉变现象发生，干物质和粗蛋白质含量在试验期间变化不大，矿物质含量几乎不发生变化。不过，由于制油工艺的不同，本试验棉籽粕样品中粗脂肪和粗蛋白质含量相差较大，与前人研究结果[14]一致。此外，棉籽品质及加工工艺对棉籽粕品质影响较大[13]。高温压榨时严重破坏棉籽粕中的蛋白质，且出油率低，但作为饲料原料使用时消化能含量高。低温压榨时易造成棉籽粕中游离棉酚含量高；而膨化浸出法成功解决了传统压榨法生产的棉籽粕中棉酚高的问题，但蛋白质和氨基酸的消化率会受影响[15]。预榨浸出法生产的棉籽粕出油率高，呈棕黄色粉末状[5]。在棉籽加工中，棉籽蛋白质由棉籽或棉籽粕生产的粗蛋白质含量在 50%以上的产品组成，是一类蛋白质含量较高的棉籽加工产品的总称[2]。本试验共计有 13 个棉籽蛋白质样品，大部分来自新疆。试验发现，蛋白质含量高的棉籽粕，棉绒棉壳和粗纤维含量则较低；蛋白质含量低的棉籽粕，棉绒棉壳和粗纤维含量则较高，这与侯彩云等[16]研究结果一致。棉籽粕中的纤维成分与有效能值呈高度负相关[17]。与王安平等[18]和与张铖铖等[19]研究报道相比，本试验得出棉籽粕水分、粗蛋白质、粗脂肪和粗灰分含量的变幅均较大，但粗纤维含量偏低。这可能是由于棉籽粕在生产过程中，棉籽的去壳与脱绒程度有差异，以及棉籽粕生产加工工艺（压榨法、预榨浸出法和浸出法）的不同而导致[5,20]，具体影响因素还有待进一步研究。

近红外光谱除含有样品自身的化学信息外，还包含有其他无关信息和噪声，如电噪声、样品背景和杂散光等[10]，因此，要对光谱进行预处理，如图 1 所示，通过二阶导数处理后，样品吸收峰得到增强，光谱差异更加明显，基线漂移现象也得到了校正。研究结果表明，在常用的 3 种近红外建模方法中，以改进最小二乘法回归（MPLS）建立的校正模型的预测效果较好，肖昕等[21]、舒庆尧等[22]采用 MPLS、最小二乘法回归（PLS）和主成分分析回归（PCR）3 种回归技术建立稻谷种子、精米粉直链淀粉含量的定标模型，发现采用 MPLS 建立的回归方程，其校正标准误差和检验标准误差明显小于其他 2 种方法，其决定系数大于其他 2 种方法。本试验同样采用 MPLS 搭配不同光谱预处理建立棉籽粕样品常规营养成分定标模型，水分、粗蛋白质、粗脂肪、粗纤维、粗灰分和总能的 *RSQcal* 为 0.923 5~0.975 8，*1-VR* 为 0.824 7~0.930 3，取得了良好的定标效果。目前，国外知名的近红外仪生产企业有 FOSS、Bruker、Thermo 和 ABB 等，国内的生产企业有聚光科技和尼尔光电等。以 FOSS 为例，商业化检测小麦和玉米粗蛋白质和水分的近红外仪，配套模型的相关系数均大于 0.95，是分别采集相应样品近 2 万个基础之上得到的，但实际应用中企业之间基本不共享公共数据库，技术相对封闭。国内聚光科技股份有限公司与中国农业科学院和中粮集团等单位合作，已有检测大豆、菜籽粕和豆粕等营养价值模型，其中豆粕水分、粗蛋白质和粗纤维的预测模型相关系数均大于 0.9，在中粮集团和益海集团等一些大型企业中已应用。目前未发现企业中棉籽粕的营养指标近红外定标模型，本研究中棉籽粕的定标模型数据库会继续更新和扩充，以应用于企业。本试验中，水分、粗蛋白质、粗脂肪、粗纤维、粗灰分和总能的 *RSQv* 为 0.879~0.896，外部验证结果理想，结果表明，应用近红外光谱技术快速分析棉籽粕中的常规营养成分含量是

可行的，这为饲料原料的快速分析提供了技术借鉴。

在棉籽营养品质性状分析中，已成功构建了棉籽蛋白质、油分、水分和棉酚含量等成分的定标模型[23-25]。近红外光谱法与化学法测定棉籽粕的粗脂肪相对误差较大，粗蛋白质、粗灰分和水分的测定结果[26]均无显著差异。李静[27]采集 60 个棉籽粕样品，用傅立叶变换近红外光谱仪建立预测棉籽粕化学成分的定标模型，水分、粗蛋白质、粗脂肪、中性洗涤纤维、酸性洗涤纤维和粗灰分含量的定标模型可用于定量分析，各项决定系数为 0.852 1~0.997 2，但预测棉籽粕粗脂肪模型的效果较差，可能与样品量较少和含量偏低有关，但水分、粗蛋白质、粗脂肪、粗纤维和粗灰分的预测模型可用于日常分析，与本试验结果是一致的。本试验中粗脂肪模型的 *RSQv* 为 0.892，可用于日常分析。近红外检测技术中相关组分含量不应低于 0.1%，样品组分含量尽量宽[28]，相关组分含量高，样品分布均匀，变异度大等有利于模型的建立。本试验中样品来源范围广，各组分含量差异较大，除粗脂肪外，其余各组分检出量均大于 1%；除总能外，其余各组分变异度均接近或大于 10%，均有利于模型的建立。本试验粗纤维的外部验证相关系数最低，*RSQv* 为 0.879，其他指标的定标相关系数也均未大于 0.9，这可能与试验棉籽粕样品数量相对较少有关，而增加定标样本数量，可改善定标效果[23]。在建立定标模型的过程中，样品集的数量和样品成分的含量范围，对模型的建立起着关键性的作用。同时，样品代表性和实验室化学分析误差是影响近红外分析准确性的主要因素。因此，在建立定标时，应严格按照标准方法的误差要求对样品的成分进行准确测定[29]。

目前还未见关于蛋公鸡棉籽粕代谢能近红外预测模型的研究报道。武洪慧等[30]采用排空—强饲法测定了 29 个棉籽粕样品的代谢能值，表观代谢能为 7.89~12.02 MJ/kg，均值为 10.25 MJ/kg，真代谢能为 9.74~13.87 MJ/kg，均值为 12.12 MJ/kg，均高于本试验所测值，这可能是本试验所采集的棉籽粕样本量更大、范围更广所致。蛋公鸡对棉籽粕的代谢能由各常规营养成分含量相互作用决定，所以其光谱信息更复杂。陈立业[31]用 70 个胡麻饼样品建立的肉仔鸡表观代谢能近红外预测模型的 *RSQv* 为 0.964。李军涛[28]用小麦和玉米样品建立了猪的表观代谢能近红外预测模型，也得到了模型可用于日常分析的结果。Losada 等[32]采用近红外光谱法对蛋公鸡能量饲料的氮校正表观代谢能进行评定，其 *RSQv* 为 0.952，由此表明，近红外方法可用于饲料代谢能的评定。目前，在饲料行业中的应用评价标准，一般为相对分析误差≥2.5，即 *RSQv*≥0.84 时，模型可用于实际检测[25]。本试验中的棉籽粕样品尽可能涵盖了将来要分析的未知样品的范围，并且在该范围内分布均匀，具有较强的代表性，各指标的 *RSQv* 均大于 0.84，因此各指标模型均可用于日常分析。

4 结 论

① 不同来源棉籽粕的营养成分和蛋公鸡代谢能变异较大，常规营养成分和代谢能间变异系数为 2.52%~84.75%，其中水分、粗脂肪、粗纤维、表观代谢能和真代谢能的变异系数均大于 10%。

② 棉籽粕近红外光谱模型对水分、粗蛋白质、粗脂肪、粗纤维、粗灰分和总能的 *RSQcal* 为 0.923 5~0.975 8，*1-VR* 为 0.824 7~0.930 3，*RSQv* 为 0.879~0.896；表观代谢能和真代谢能的 *RSQcal* 为 0.969 0 和 0.926 8，*1-VR* 为 0.917 0 和 0.905 7，*RSQv* 为 0.911 和 0.892。定标效果较理想，定标方程均可用于日常分析。

参考文献：

[1] 黄庄荣,陈进红,刘海英,等.棉籽 17 种氨基酸含量的 NIRS 定标模型构建与测定方法研究[J].光谱学与光谱分析,2011,31(10):2692–2696.

[2] 赵小龙,刘大川.棉籽蛋白资源开发研究进展[J].中国油脂,2014,391(1):23–26.

[3] National Research Council.Nutrient requirements of swine[M].11th ed.Washington,D.C.:National Academy Press,2012.

[4] KIM J C,MULLAN B P,SIMMINS P H,et al.Variation in the chemical composition of wheats in western Australia as influenced by variety,growing region,season,and post-harvest storage[J].Australian Journal of Agricultural Research,2003,54(6):541–550.

[5] 李爱科.中国蛋白质饲料资源[M].北京:中国农业大学出版社,2013:107–125.

[6] 沈维华,马承融.棉籽制油工艺对棉籽蛋白品质的影响[J].中国油脂,1988(6):27–31.

[7] 张艳.基因型和环境对我国冬播麦区小麦品质性状的研究[D].硕士学位论文.北京:中国农业科学研究院,1997.

[8] TURNER J H,RAMEY H H,WORLEY S.Relationship of yield,seed quality,and fiber properties in upland cotton[J].Cropence,1976,16(4):578–580.

[9] GIVENS D I,DE BOEVER J L,DEAVILLE E R.The principles,practices and some future applications of near infrared spectroscopy for predicting the nutritive value of foods for animals and humans[J].Nutrition Research Reviews,1997,10(1):83–114.

[10] 褚小立.化学计量学方法与分子光谱分析技术[M].北京:化学工业出版社,2011:76–79.

[11] AACC.AACC Method 39—00.Near-infrared methods-guidelines for model development and maintenance[S].St.Paul,MN:American Association of Cereal Chemists,2000.

[12] 张卉,宋妍,冷静,等.近红外光谱分析技术[J].光谱实验室,2007,24(3):388–395.

[13] 刘玉刚,王国才,杨杰.对影响棉粕蛋白含量因素的探讨[J].中国油脂,2007,32(9):17–18.

[14] 贾晓红,WEDEGAERTNER T C.充分利用棉籽粕[J].中国畜牧兽医,1982(6):14–16.

[15] 张铖铖.我国不同地区棉粕猪氨基酸回肠消化率的研究[D].硕士学位论文.长沙:湖南农业大学,2012.

[16] 侯彩云,王海荣,敖长金,等.几种棉粕饲料的质量评定[J].畜牧与饲料科学,2012,33(4):67–69.

[17] 孙献忠,熊本海.用饲料化学成分预测猪饲料能值的研究进展[J].中国畜牧兽医,2006,33(11):19–23.

[18] 王安平,吕云峰,张军民,等.我国棉粕和棉籽蛋白营养成分和棉酚含量调研[J].华北农学

报,2010,25(增刊):301–304.

[19] 张铖铖,张石蕊,贺喜,等.我国不同地区棉籽粕的猪氨基酸标准回肠消化率的测定[J].动物营养学报,2013,25(12):2844–2853.

[20] 李思明,韦启鹏,刘林秀,等.棉籽的高效利用研究进展[J].江西饲料,2010(3):26–28.

[21] 肖昕,陈奕,罗文永,等.单粒活体稻谷种子直链淀粉含量的近红外透射光谱分析[J].中国水稻科学,2003,17(3):287–290.

[22] 舒庆尧,吴殿星,夏英武,等.用近红外反射光谱技术测定精米粉样品表观直链淀粉含量的研究[J].中国水稻科学,1999,13(3):189–192.

[23] 郭婷婷.陆地棉棉籽蛋白质、油份含量近红外分析模型的建立及其相关 QTL 的筛选、定位[D].硕士学位论文.南京:南京农业大学,2011.

[24] 张晓芳,俞信,闫吉祥,等.近红外反射技术开放式检测棉籽中水分和油含量的研究[J].光谱学与光谱分析,2007,27(3):473–476.

[25] LORDELO M M,SHAABAN S A,DALE N M,et al.Near infrared reflectance spectroscopy for the determination of free gossypol in cottonseed meal[J].Journal of Applied Poultry Research,2008,17(2):243–248.

[26] 檀其梅.NIRS 对 11 种饲料原料常规成分测定结果的可靠性评估[D].硕士学位论文.合肥:安徽农业大学,2008.

[27] 李静.傅立叶近红外测定麦麸、棉粕化学成分及适宜建模水分背景的选择[D].硕士学位论文.雅安:四川农业大学,2007.

[28] 李军涛.近红外反射光谱快速评定玉米和小麦营养价值的研究[D].博士学位论文.北京:中国农业大学,2014.

[29] 史永刚,冯新沪,李子存,等.近红外光谱分析中应考虑的几个问题[J].光谱实验室,2001,18(4):435–437.

[30] 武洪慧,焦洪超,林海.棉粕家禽代谢能评定方法研究[C]//中国畜牧兽医学会动物营养学分会第七届中国饲料营养学术研讨会论文集.北京:中国畜牧兽医学会,2014:291.

[31] 陈立业.基于近红外光谱技术胡麻饼肉仔鸡营养价值研究部[D].硕士学位论文.兰州:甘肃农业大学,2013.

[32] LOSADA B,GARCÍA-REBOLLAR P,ÁLVAREZ C,et al.The prediction of apparent metabolisable energy content of oil seeds and oil seed by-products for poultry from its chemical components,*in vitro* analysis or near-infrared reflectance spectroscopy[J].Animal Feed Science and Technology,2010,160(1/2):62–72.

Determination of Nutrient Value and Metabolizable Energy of Roosters in Cottonseed Meal by Near-Infrared Reflectance Spectroscopy

LI Yupeng[1, 2] NIAN Fang[3*] LI Aike[2] WANG Weiwei[2] LU Hui[2] WANG Li[2]

（1. *College of Animal Science and Technology*, *Gansu Agricultural University*, *Lanzhou* 730070, *China*; 2. *Academy of State Administration of Grain*, *Beijing* 100037, *China*; 3. *College of Science*, *Gansu Agricultural University*, *Lanzhou* 730070, *China*）

Abstract: This experiment aimed at exploring the possibility of determination of common nutrient contents and metabolizable energy of roosters in cottonseed meal by near-infrared reflectance spectroscopy (NIRS). A total of 76 cottonseed meal samples with different producing areas, years and processing methods were collected from all over China. The common nutrients of samples were analyzed, and apparent metabolizable energy and true metabolizable energy of roosters were measured by strong feeding experiment. All the samples were divided into calibration set (*n*=56) and external validation set (*n*=20) randomly. Then NIRS calibration models were established. The results showed that: 1) the variation ranges of common nutrients and metabolizable energy were large among different cottonseed meal samples, and coefficient of variation was ranged from 2.52% to 84.75%. Coefficient of variation for moisture, ether extract, crude fiber, apparent metabolizable energy and true metabolizable energy were exceeded 10%; coefficient of variation for crude protein, ash and gross energy were 9.58%, 9.81% and 2.52%, respectively. 2) The coefficient of determination for calibration, coefficient of determination for cross-validation and coefficient of determination for external validation for moisture, crude protein, ether extract, crude fiber, ash and gross energy were ranged from 0.923 5 to 0.975 8, 0.824 7 to 0.930 3 and 0.879 to 0.896, respectively. While the coefficient of determination for calibration, coefficient of determination for cross-validation and coefficient of determination for external validation of apparent metabolizable energy and true metabolizable energy were 0.969 0 and 0.926 8, 0.917 0 and 0.905 7, 0.911 and 0.892, respectively. It is concluded that calibration equation for common nutrients and metabolism can be used for routine analysis.

Key words: near-infrared reflectance spectroscopy; cottonseed meal; common nutrients; metabolizable energy

---

*Corresponding author, associate professor, E-mail: nianf@gsau.edu.cn　　（责任编辑　田艳明）